

**РАЗРАБОТКА ИСП–АЭС МЕТОДИКИ
ОДНОВРЕМЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ
МЫШЬЯКА И СУРЬМЫ В ФЕРРОВОЛЬФРАМЕ**

Белозерова А.А.⁽¹⁾, Майорова А.В.⁽¹⁾, Суворкина А.С.⁽²⁾

⁽¹⁾ Институт металлургии УрО РАН

620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 101

⁽²⁾ Уральский федеральный университет

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Метод атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ИСП–АЭС) характеризуется экспрессностью измерений, простотой градуировки, широким линейным диапазоном определяемых концентраций и возможностью одновременного многоэлементного анализа. Эти достоинства обусловили внедрение ИСП–АЭС метода в практику работы многих аналитических лабораторий, в том числе, с целью анализа материалов и продуктов черной металлургии. Однако разработка ИСП–АЭС методики одновременного определения содержания мышьяка и сурьмы является достаточно сложной задачей из-за спектральных помех от Fe и W, присутствующих в больших количествах в составе ферровольфрама. Нами обнаружено, что макроколичества Fe, W можно одновременно осадить из раствора с помощью ацетата свинца и гидроксида натрия с образованием осадка состава « $\text{Na}_3\text{FeF}_6\text{-PbWO}_4$ », однако при этом присутствуют потери аналитов из-за их соосаждения. Впервые проведены исследования по нахождению условий ингибирования соосаждения мышьяка и сурьмы при одновременном осаждении макроколичеств вольфрама и железа в виде « $\text{Na}_3\text{FeF}_6\text{-PbWO}_4$ ». Исследования железо-, вольфрамсодержащих осадков, полученных при осаждении матрицы в присутствии разного количества фтороводородной кислоты, осуществляли с помощью рентгенофазового, микроскопического анализа и определения значений удельной поверхности, пористости методом низкотемпературной адсорбции-десорбции азота. Было установлено, что введение определенного количества фтороводородной кислоты в процессе осаждения макрокомпонентов приводит к получению осадков с наименьшей удельной поверхностью и пористостью, и позволяет ингибировать соосаждение аналитов (As, Sb). По разработанной процедуре отделения матрицы, минимизирующей соосаждение аналитов, к ИСП–АЭС определению содержания мышьяка и сурьмы были подготовлены ГСО состава ферровольфрама. Разница между найденным и аттестованным их содержанием не превышает нормативов, приведенных в соответствующих ГОСТах. ИСП–АЭС методика одновременного определения содержания мышьяка и сурьмы с предварительным отделением основных компонентов рекомендована для анализа материалов и сплавов с высоким содержанием железа и вольфрама.

Работа выполнена в рамках Государственного задания ИМЕТ УрО РАН № 0396-2015-0087.